

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08313244 A**

(43) Date of publication of application: **29.11.96**

(51) Int. Cl. **G01B 21/08**
G01B 11/06
G01B 15/02

(21) Application number: **07121568**

(71) Applicant: **TOYOTA MOTOR CORP**

(22) Date of filing: **19.05.95**

(72) Inventor: **TAKAZAWA NOBUAKI**

(54) METHOD OF MEASURING THICKNESS OF THIN FILM

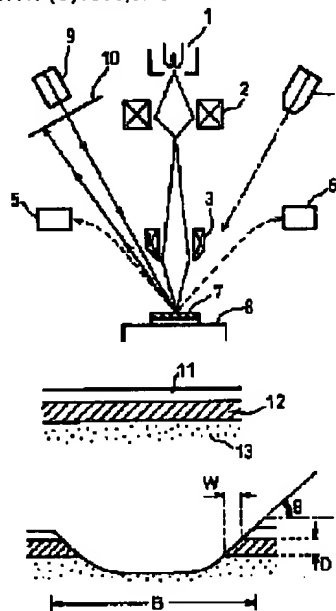
(57) Abstract:

PURPOSE: To provide a film-thickness measuring method in which the Auger electron image of a specific element in an exposed part is captured and in which the width in the exposed part of a thin film is measured with good efficiency by a method wherein a conductive coating is executed to the thin film, the surface of a sample is etched and the layer cross section of the thin film having a constant angle of inclination with reference to a horizontal plane is exposed.

CONSTITUTION: Au is vapor-deposited 11 onto a sample 7 which is composed of a base material 13 and of a film 12, and the sample is set on a stage 8. The inside of an apparatus is set to a high vacuum, and the surface of the sample is etched by an Ar ion gun 4. The surface is removed into a conical shape, its circumference is surrounded by a wall at a cross-sectional exposure angle θ ; as an angle of inclination, and an exposure width W is formed with reference to a film thickness D . Then, a primary electron beam which is emitted from an electron gun 1 is converged via a converging lens 2 and an objective lens 3 so as to be incident to the sample 7. Secondary electrons which are scattered from the surface of the sample 7 are detected by a secondary-electron detector 5, and Auger electrons

are detected by an Auger-electron detector 6. By using the exposure width W and the exposure angle θ , which have been measured, the film thickness D is found by an expression of the film thickness $D = W \tan \theta$.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO



(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-313244

(43)公開日 平成8年(1996)11月29日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 1 B	21/08		G 0 1 B	21/08
	11/06			11/06
	15/02			15/02
				Z
				B

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平7-121568

(22)出願日 平成7年(1995)5月19日

(71)出願人 000003207

トヨタ自動車株式会社

愛知県豊田市トヨタ町1番地

(72)発明者 高澤 信明

愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内

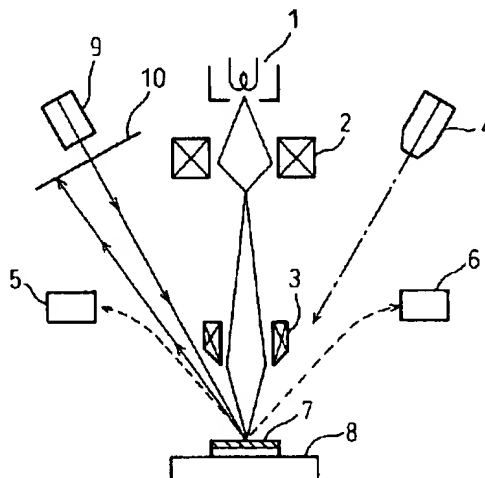
(74)代理人 弁理士 石田 敬 (外3名)

(54)【発明の名称】 薄膜の膜厚測定方法

(57)【要約】

【目的】 本発明は、薄膜の膜厚の測定方法に関し、特に数nmレベルのコーティング薄膜を切断することなく傾斜断面を露出し直接測定する膜厚測定方法を提供する。

【構成】 薄膜の膜厚測定方法において、サンプルの事前処理として薄膜上に導電性被覆を施し、前記サンプルの表面をエッチングすることによって水平面に対して一定の傾斜角度を有する薄膜層断面を露出し、前記薄膜層断面の水平面に対する投影露出幅 W を測定し、かつ前記薄膜層断面の水平面に対する傾斜角である露出角度 θ を求め、前記投影露出幅 W および露出角度 θ を用いて $D = W \tan \theta$ なる関係から膜厚 D を求めることを特徴とする。また、露出角度 θ を光反射法等の光学手段または2次電子放出量測定法によって求めることを特徴とする。



- | | |
|-----------|-------------|
| 1…電子銃 | 6…オージェ電子検出器 |
| 2…収束レンズ | 7…サンプル |
| 3…対物レンズ | 8…ステージ |
| 4…イオン銃 | 9…レーザー光源 |
| 5…2次電子検出器 | 10…スクリーン |

【特許請求の範囲】

【請求項1】 薄膜の膜厚測定方法において、サンプルの事前処理として薄膜上に導電性被覆を施し、該サンプルの表面をエッチングすることによって水平面に対して一定の傾斜角度を有する薄膜層断面を露出し、該薄膜層断面の水平面に対する投影露出幅 W を測定し、かつ該薄膜層断面の水平面に対する傾斜角である露出角度 θ を求め、該投影露出幅 W および露出角度 θ を用いて $D = W \tan \theta$ なる関係から膜厚 D を求めることを特徴とする薄膜の膜厚測定方法。

【請求項2】 前記露出角度 θ を光反射法等の光学手段によって求める請求項1記載の薄膜の膜厚測定方法。

【請求項3】 前記露出角度 θ を2次電子放出量測定法によって求める請求項1記載の薄膜の膜厚測定方法。

【請求項4】 薄膜を設けたサンプルの膜厚測定方法において、イオンエッチング装置を有する走査型電子顕微鏡内にサンプルをセットし、一定のエッチング速度でイオンエッチングを行いながら、電子ビームを照射し、サンプルに流れる電流値を時々刻々測定し、該電流値から求まるサンプルの抵抗値をモニターし、該抵抗値の減少割合がエッチング時間に対して屈曲点を示す時点を認識し、その時点までのエッチング量の積分値から薄膜の厚さを求めることを特徴とする薄膜の膜厚測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、薄膜の膜厚の測定方法に関し、特に数nmレベルのコーティング薄膜を切断することなく傾斜断面を露出し直接測定する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】表面を被覆された膜厚を測定する方法として、光学的方法として多重光束干渉法による膜厚測定が一般的に採用されてきた。この方法では、干渉縞の観測が鮮明さに大きく影響され、その干渉条件はミラーとサンプル間の距離の設定および光自体の反射率の向上等に制約され、その条件設定にかなりの労力を要していた。さらに、X線を使用して膜厚を測定する方法として、X線の吸収を利用する方法、蛍光X線励起による方法および全反射X線の干渉を利用する方法等があるが、これらの方法では膜厚がnmオーダーに対して、その精度において問題があり、十分に適用されるに至っていない。

【0003】最近では、以上のように従来困難であったnmオーダーの膜厚に対して、精度上問題ない方法について検討され、基板等にコーティングされた薄膜の厚さ測定法およびその装置として種々考案されている。その中でマイクロトーム等を用いてコーティング薄膜を基板と共に斜めに機械的に切断し、その切り口をSEM（走査型電子顕微鏡）等を用いて断面観察し、膜厚を測定する方法がある。しかし、この方法では薄膜が数nmレベルの場合には切断面がダレてしまうので観察すべき膜が確認で

きず測定不可となる。

【0004】他の方法として、薄膜表面からイオンエッチングを行いつつオージェ電子分光法による深さ方向の分析を行い、膜材料特有の元素をモニターし、この元素が検出されなくなった時のイオンエッチング深さを検量することによって膜厚を知る方法がある。しかしながら、オージェ電子脱出深さが数nmであるため、オージェ電子分光法の深さ方向分解能が数nm以上となり、この場合も薄膜が数nmレベルの場合には測定は不可となる。

10 【0005】上記のごとく、数nmレベルの薄膜の厚さを簡便にかつ高精度で測定可能とする測定方法の開発が望まれていた。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】以上のような問題に鑑み、本発明の目的は、基材が硬質もしくは軟質に関わらず、機械的切断法に代わる高エネルギー粒子によるドライエッチング法を検討し、この処理により一定条件の膜厚断面を露出させ、この露出部を測定することによって膜厚を求める膜厚測定方法を提供する。

20 【0007】また、本発明の他の目的は、前記露出部での特定元素のオージェ電子像を取り込むことによって、効率よく膜層露出部の幅を測定可能とする膜厚測定方法を提供する。さらに、本発明の別の目的は、サンプルが電子照射を受けた場合の、試料電流値を測定し、その抵抗値をモニターして、薄膜と基材の界面での抵抗値の勾配の変化を認識することによって、ドライエッチング速度からその時点までのエッチング量の積分値との対応を検討し、これによって膜厚を求める膜厚方法を提供する。

30 【0008】

【課題を解決するための手段】上記の目的は、薄膜の膜厚測定方法において、サンプルの事前処理として薄膜上に導電性被覆を施し、前記サンプルの表面をエッチングすることによって水平面に対して一定の傾斜角度を有する薄膜層断面を露出し、前記薄膜層断面の水平面に対する投影露出幅 W を測定し、かつ前記薄膜層断面の水平面に対する傾斜角である露出角度 θ を求め、前記投影露出幅 W および露出角度 θ を用いて $D = W \tan \theta$ なる関係から膜厚 D を求めることを特徴とする薄膜の膜厚測定方法によって達成される。

40 【0009】また、上記の目的は、前記露出角度 θ を光反射法等の光学手段によって求める薄膜の膜厚測定方法によっても達成される。さらに、前記露出角度 θ を2次電子放出量測定法によって求める薄膜の膜厚測定方法によっても達成される。また、上記の目的は、薄膜を設けたサンプルの膜厚測定方法において、イオンエッチング装置を有する走査型電子顕微鏡内にサンプルをセットし、一定のエッチング速度でイオンエッチングを行いながら、電子ビームを照射し、サンプルに流れる電流値を時々刻々測定し、前記電流値から求まるサンプルの抵抗

値をモニターし、前記抵抗値の減少割合がエッチング時間に対して屈曲点を示す時点を確認し、その時点までのエッチング量の積分値から薄膜の厚さを求めることを特徴とする薄膜の膜厚測定方法によっても達成される。

【0010】

【作用】本発明では、エッチング領域は四周が傾斜を有する壁で囲まれた浅い掘鉢状となっており、その端部では1°以下の低角度で薄膜層断面が切り出され露出している。この露出した薄膜層断面の水平方向投影幅Wと露出角度θが測定されれば、膜厚Dは $D = W \tan \theta$ なる関係から求めることができる。この露出幅Wは膜特有の元素のオージェ電子像から求められ、また露出角度θは光学的手段または2次電子放出量測定方法により求められる。この方法では、極めて低角度の薄膜切出し断面を利用するため、数nmレベルの薄膜の膜厚を測定することが可能となった。

【0011】また、本発明は、電子ビームを照射することでサンプルと装置で一つの電気回路が形成される。このとき、薄膜と基材では抵抗が異なるため、抵抗値の勾配が変化する点、すなわち変化の割合の屈曲点が薄膜と基材の界面となる。そこで、この時点までのエッチング時間を測れば、このエッチング時間は膜厚に比例するため、合計のエッチング深さとして、膜厚に換算することができる。この方法はオージェ電子とは違い脱出深さの影響がないため数nmの膜厚でも測定可能となる。

【0012】以下、本発明について実施例の添付図面を参照して詳述する。

【0013】

【実施例】

実施例1

本発明の第一発明の超低角度断面切り出し法についての実施例を説明する。図1は本実施例の装置例を示す図である。電子銃1から照射された高エネルギーの1次電子線は、収束レンズ2および対物レンズ3によって、極めて細く絞られてステージ8にセットされたサンプル7に入射する。この時、サンプル表面から2次電子として散乱する電子は、2次電子検出器5によって検出される。また、二次電子とは別の放出過程をとり、そのスペクトルは一般に複数の複雑なピークから成り立っているオージェ電子はオージェ電子検出器6によって検出される。以上の基本的構造の他に、イオン銃4、レーザー光源9およびスクリーン10を備えたものである。

【0014】本実施例の超低角度断面切り出し法を工程順に説明する。図4(a)のように基材13と膜12からなるサンプル7に、Au蒸着11を施しステージ8にセットする。装置内を高真空にしたのちArイオン銃4によりサンプル表面をエッチングする。図4(b)には、表面が掘鉢状に削られ四周が傾斜角である断面露出角度θの壁に囲まれ、膜厚Dに対して露出幅Wとなる。掘鉢状に削られた全幅Bはほぼ1mmである。

【0015】前記エッチング域の端部は、SEM（低倍）で真上からは図4(c)のようにほぼ同心円状として観測される。膜厚層断面が露出しているため、SEM像で部位を決めた後、膜特有元素のオージェ電子像（高倍）を取り込む。この時、膜特有の元素はあらかじめ定性分析により把握しておく。図4(d)に示す像により膜断面露出幅Wを測る。この結果から膜厚Dは下記式で与えられる。

$$【0016】 D = W \tan \theta \quad (1)$$

10 次に、露出角度θの測定工程について説明する。図4(e)に示す光学的方法としての光反射法を説明する。レーザー光源14の方向にステージ8を向け露出断面にレーザー光を当てる。このレーザー光は入射光と2θの開きで、反射しスクリーンに戻る。この時の光源から戻り点までの距離Lを測り、下記式によりθを算出する。

$$【0017】 \theta = 1/2 \tan^{-1} (L/L) \quad (2)$$

さらに、他の測定方法として、2次電子量測定方法によって求めてもよい。この方法は、2次電子放出効率と傾斜角度との関係より求める方法で、図3に示すように、20 最初のステージ角度αからα+θに変化させた時の二次電子放出効率δの変化から、θを求める方法である。

【0018】以上のような測定によって、式(1)に式(2)で求めたθを代入して膜厚Dを算出する。なお、本実施例のイオン銃は、好ましくはイオン源として通常の例えば液体金属イオン源を使用する。また、Au蒸着以外にPt、Cおよび光の時はAg等を使用してもよい。さらに、レーザーとしては好ましくは分布帰還型および分布フラッグ反射器レーザ等の集積レーザがよい。

【0019】実施例2

30 以下、第二発明の実施例を説明する。第二発明では、露出角度θの測定を電気抵抗計測法によるものである。図2に本実施例の測定例を示す。電子銃1とステージ8を電気回路として結線した以外は実施例1の基本図と同様である。高エネルギー電子束はできるだけ絞られ、サンプル7を照射する。また、エッチングするイオン銃4からは高エネルギーイオンが照射する。まず、薄膜サンプル7をそのままステージ8にセットし装置内を高真空にする。このサンプルと装置間は電子銃1より電子ビームを照射した場合、チャージアップしなければサンプル、40 装置筒内をはさんで、ひとつの電気回路となり、電流Iと電圧Vが測定される。この時、サンプルから放出される2次電子電流は回路を流れる試料電流I（1次電子電流）に比べて、非常に小さく無視しうる。

【0020】上記の電流Iより抵抗Rを求め、このRをモニターしながらイオンエッチングを継続して行ない、エッチング時間と抵抗値との関係をプロットする。図5(b)は抵抗値のモニター時を示し、基材13と膜12を通して、一次電子電流が測定され、図5(a)に示すように、エッチング時間Cまでは膜厚の減少と共に、抵抗値Rがエッチング時間に比例して減少し、その後膜と

基材の界面に達すると一定の抵抗値を示す。

【0021】すなわち、膜と基材の界面で抵抗値減少勾配が変化するので、この時点までのエッチング時間を厚さに換算する。本法は従来法であるAES（オージェ電子分光）深さ測定でも同様に換算厚さを求めているが、オージェ電子とは違い脱出深さの影響を除くことができ、深さ分解能は向上する。

【0022】

【発明の効果】請求項1～3に係る発明は、イオンエッチング領域端部であるエッチングで形成される擂鉢状形状を用いることで、極めて低角度での薄膜断面切り出しが可能となる。また、光学系の併用により、極めて低傾斜面の傾斜角度を求めることが可能となる。さらに、請求項4に係る発明はオージェ電子分析機構が不要なため、装置自体がSEM程度の簡易なものとなる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例1に係る測定装置の概要を示す図である。

【図2】本発明の実施例2に係る測定装置の概要を示す図である。

【図3】本発明の実施例1に係る2次電子放出量測定法の概要を示す図である。

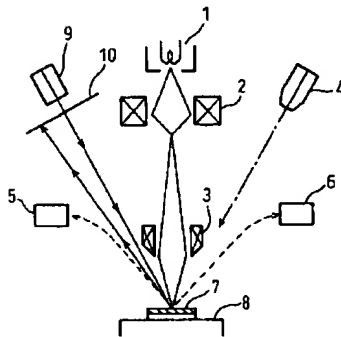
*【図4】本発明の実施例1に係る測定例を示し、(a) Au蒸着、(b) 擂鉢状形状、(c) エッチング部位、(d) 膜厚層断面の幅、(e) 露出角度の測定を示す図である。

【図5】本発明の実施例2に係る測定例を示し、(a) 抵抗値の変化、(b) 1次電子電流の測定を示す図である。

【符号の説明】

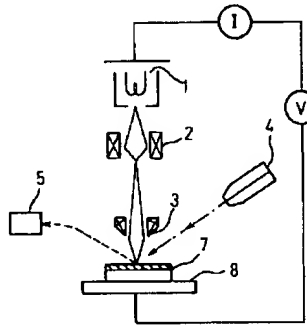
- 1…電子銃
- 2…収束レンズ
- 3…対物レンズ
- 4…イオン銃
- 5…2次電子検出器
- 6…オージェ電子検出器
- 7…サンプル
- 8…ステージ
- 9…レーザ光源
- 10…スクリーン
- 11…Au
- 12…膜
- 13…基材
- * 14…光・レーザ光源

【図1】

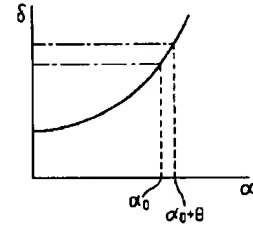


- 1…電子銃
- 2…収束レンズ
- 3…対物レンズ
- 4…イオン銃
- 5…2次電子検出器
- 6…オージェ電子検出器
- 7…サンプル
- 8…ステージ
- 9…レーザ光源
- 10…スクリーン

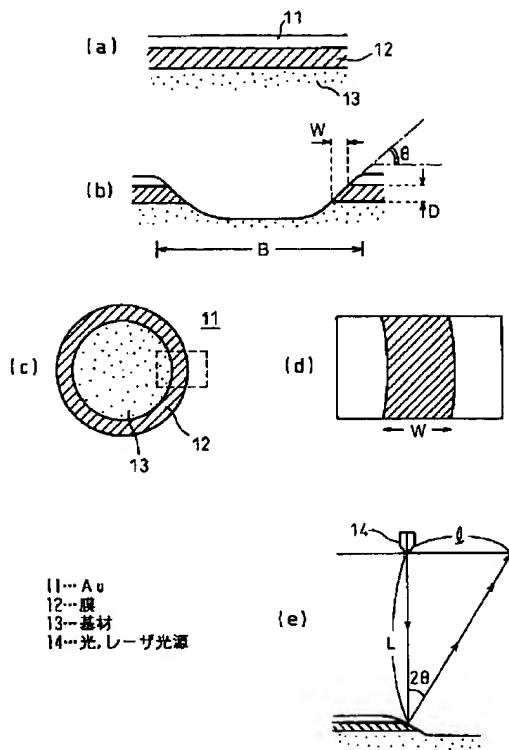
【図2】



【図3】



【図4】



【図5】

